

(19) Japanese Patent Office (JP)

(12) PATENT DISCLOSURE BULLETIN (A)

(11) Patent Application Disclosure: 60-65740 (1985)

(43) Disclosure Date: April 15, 1985

(51) Int.Cl.<sup>4</sup> Identification Symbol

C 03 B 37/018

//G 02 B 6/00

Patent Office Assigned Number

6602-4G

7370-2H

Search Request: Not Yet Made

Number of Invention: 1

(Total page: 4)

---

(54) Subject of Invention

Manufacturing Method of Optical Fiber Porous Preform

(21) Patent Application: 58-170999 (1983)

(22) Application Date: September 16, 1983

(72) Inventor: ? Sugimoto

c/o Central Research Lab

Furukawa Electric Industry K K

9-15, 2-chome, Futaba, Shinakawa-ku, Tokyo

(72) Inventor: H. Takahashi

c/o Central Research Lab

Furukawa Electric Industry K K

9-15, 2-chome, Futaba, Shinakawa-ku Tokyo

(72) Inventor: N. Inekaki

c/o Ibaraki Electric Communication Research Lab

Nippon Telegraph and Telephone Public Corp.

162 Oaza-Shrakata-Azahakune, Tokai-mura,

Naka-gun, Ibaraki-ken

(71) Applicant: Furukawa Electric Industry K K

6-1, 2-Chome, Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

(71) Applicant Nippon Telegraph and Telephone Public Corp.

(74) Agent: Attorney M. Ito

## DETAILED DESCRIPTION

### 1. Subject of Invention

Manufacturing method of optical fiber porous preform

### 2. Scope of the Patent Claim

A manufacturing method of optical fiber porous preform characteristically that to the outer circumference along the length direction of the core portion, glass particles containing fluorine are blown against in conjunction with a flame of carbon monoxide and oxygen.

### 3. Detailed Explanation of the Invention

The present invention is related to a manufacturing method of optical fiber porous preform.

As a manufacturing method of this kind of preform, the outside attachment (deposition) CVD method or the VAD method are typical kinds. In either case, for the raw material of the core layer,  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$ ,  $\text{POCl}_3$  are employed and for the raw material of the clad layer,  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{BCl}_3$  are generally used. The refractive index difference of the core layer and the clad layer is controlled by the amount of  $\text{GeCl}_4$ .

In some cases,  $\text{SiCl}_4$  and  $\text{GeCl}_4$  are used for the aforementioned outside core layer and  $\text{SiCl}_4$  alone is used for the clad layer. In any case,  $\text{GeCl}_4$  is always added (doped) to the core layer.

However, for adding a germanium compound to the core layer would make the optical fiber higher in price.

Additionally, there is a defect that the Rayleigh scattering would also become larger.

Accordingly, it has been tried by forming the core layer by SiCl<sub>4</sub> alone and the refractive index difference is decided by adding B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to the clad layer. However, by this attempt, the refractive index could not be made sufficiently large.

For making the refractive index difference larger, it can be achieved by adding fluorine to the clad layer. However, in the aforementioned conventional example, the hydrolysis reaction based on oxyhydrogen flame is utilized; thus the addition (doping) of fluorine could not be achieved.

In the present invention, by utilizing a flame of carbon monoxide and oxygen, the doping of fluorine is carried out to solve the aforementioned problematic point. This is illustrated by the implementation example shown in figures. Fig 1 shows the outside attachment (deposition) CVD method: the rod shape core portion 3 is attached to the chucks 2, 2 of the glass lathe 1; and facing this core portion 3, the multi-tube burner 4 is arranged.

To the above burner 4, the vapor phase raw material 6' prepared from vaporizing SiCl<sub>4</sub>, etc. liquid raw materials by the gases 6 of Ar, etc., the SF<sub>6</sub>, etc. fluorine gases 7, the Ar, etc., diluting gases 8, the oxygen 9 and the carbon monoxide 10 are supplied; and in conjunction with the flame of the oxygen 9 and the carbon monoxide 10, the glass fine particles 11 containing fluorine are blown against the outer circumference of core portion 3.

During this blowing attachment (deposition), the core portion 3 is rotated and simultaneously, the multi-tube burner 4 is traversed back & forth along the length direction of the core portion 3.

Further, 12 in the figure is an exhaust opening.

Now a concrete example based on the aforementioned outside attachment (deposition) CVD method is illustrated. For the core portion 3, a synthetic quartz containing 100% SiO<sub>2</sub> (misprinted as SiCl<sub>2</sub> in the Japanese text) was employed. To the center tube of the multi-tube burner 4, the vapor phase raw material 6 at 500 cc/min and the fluorine gas 7 at 200 cc/min were supplied and simultaneously to the outside second tube, to the further outside third tube, and to the outermost side tube, 5000 cc/min of CO, 1000 cc/min of Ar, and 6000 cc/min of O<sub>2</sub> were supplied, respectively; and in conjunction with the flame of the CO and O<sub>2</sub>, the glass fine particles 11 are blown against the outer circumference of the core portion 3. As a result, the porous preform below was obtained.

The bulk density was 0.25 g/cm<sup>3</sup> which is about the same level of the conventional products.

This preform was consolidated to a transparent glass in He atmosphere and the refractive index difference of the core portion and the clad portion was measured and found to be 0.9%

Furthermore, the preform was line (fiber) drawn into a fiber; and the (transmission) loss was measured and found to be less than 3.5 dB/km at 0.83 um. This is about the same level quality of the fibers obtained by the conventional methods.

Fig 2 shows the manufacturing method of porous preform based on the VAD method: facing the dummy quartz rod 21, a pair of multi-tube burners 22 and 23 are arranged.

One side of the burners (22) is for the core portion 24; the other side of the burners (23) is for the clad portion 25; and the burner 23 for the clad portion is arranged above the burner 22 for the core portion.

To the core burner 22, the vapor phase raw material 29 vaporized from the liquid glass raw material 26 by the gases 8 of Ar, etc., oxygen (O<sub>2</sub>), carbon monoxide (CO), and Ar for dilution are supplied; and to the clad burner 23, the vapor phase raw material 32 vaporized by bubbling the liquid glass raw material 30 by the gases of 11 of Ar, etc., the fluorine gas 33, oxygen (O<sub>2</sub>), carbon monoxide (CO), and Ar for dilution are supplied.

And from the burner 22 for the core portion, in conjunction with the flame of the CO and O<sub>2</sub>, the glass fine particles 34 are blown out to deposit the core portion 24 in the axial direction of the dummy quartz rod 21.

And from the burner 23 for the clad portion, in conjunction with the flame of the CO and O<sub>2</sub>, the glass fine particles 35 containing fluorine 4 are blown out to deposit and form the clad portion 25 to the outer circumference of the core portion 24.

Further, 16 in the figure is an exhaust opening.

Now a concrete example based on the aforementioned VAD method is illustrated. To the center tube of the burner 22 for the core portion, the vapor phase raw material 29 SiCl<sub>4</sub> at 400 cc/min and 5 cc/min of POCl<sub>3</sub> were supplied and simultaneously to the outside second tube, to the further outside third tube, and to the outermost side tube, 6000 cc/min of CO, 500 cc/min of Ar, and 7000 cc/min of O<sub>2</sub> were supplied, respectively.

And, to the center tube of the burner 23 for the core portion, 500 cc/min of SiCl<sub>4</sub> (vaporized by bubbling Ar) and 200 cc/min of SF<sub>6</sub> gas were supplied and simultaneously to the outside second tube, to the further outside third tube, and to the outermost side tube, 7000 cc/min of CO, 500 cc/min of Ar, and 8000 cc/min of O<sub>2</sub> were supplied, respectively.

The bulk density of the obtained porous preform above was about 0.3 g/cm<sup>3</sup> which is about the same level of the conventional products.

This preform was consolidated to a transparent glass in He atmosphere and the refractive index difference of the core portion and the clad portion was measured and 1.0% plus value was obtained.

Furthermore, the preform was line (fiber) drawn into fiber and the (transmission) loss was measured and found to be less than 3 dB/km at 0.83 um. This is about the same level of quality of the fibers obtained by the conventional method.

As described above, in the present invention, since fluorine containing glass fine particles are to be blown to the outer circumference along the length direction of the core in conjunction with the flame of CO and O<sub>2</sub>, the refractive index difference of the core portion and the clad portion can be controlled by the amount of the fluorine to be doped to the clad portion. Therefore, there is no need to dope germanium to the core portion ; thus, an inexpensive preform can be obtained.

And because no germanium is required, the Rayleigh scattering can be suppressed to a low level; thus, the boundary loss can be made smaller.

#### 4. Brief Explanation of Figures

Fig 1 and Fig 2 are diagrams illustrating the methods related to the present invention. Fig 1 is a diagram illustrating the method utilizing the outside attachment (deposition ) CVD method. Fig 2 is a diagram illustrating the method utilizing the VAD method.

3, 24...core portion

11, 34, 35...glass fine particles

Patent Applicant

Agent, Attorney: M. Ito

Fig 1

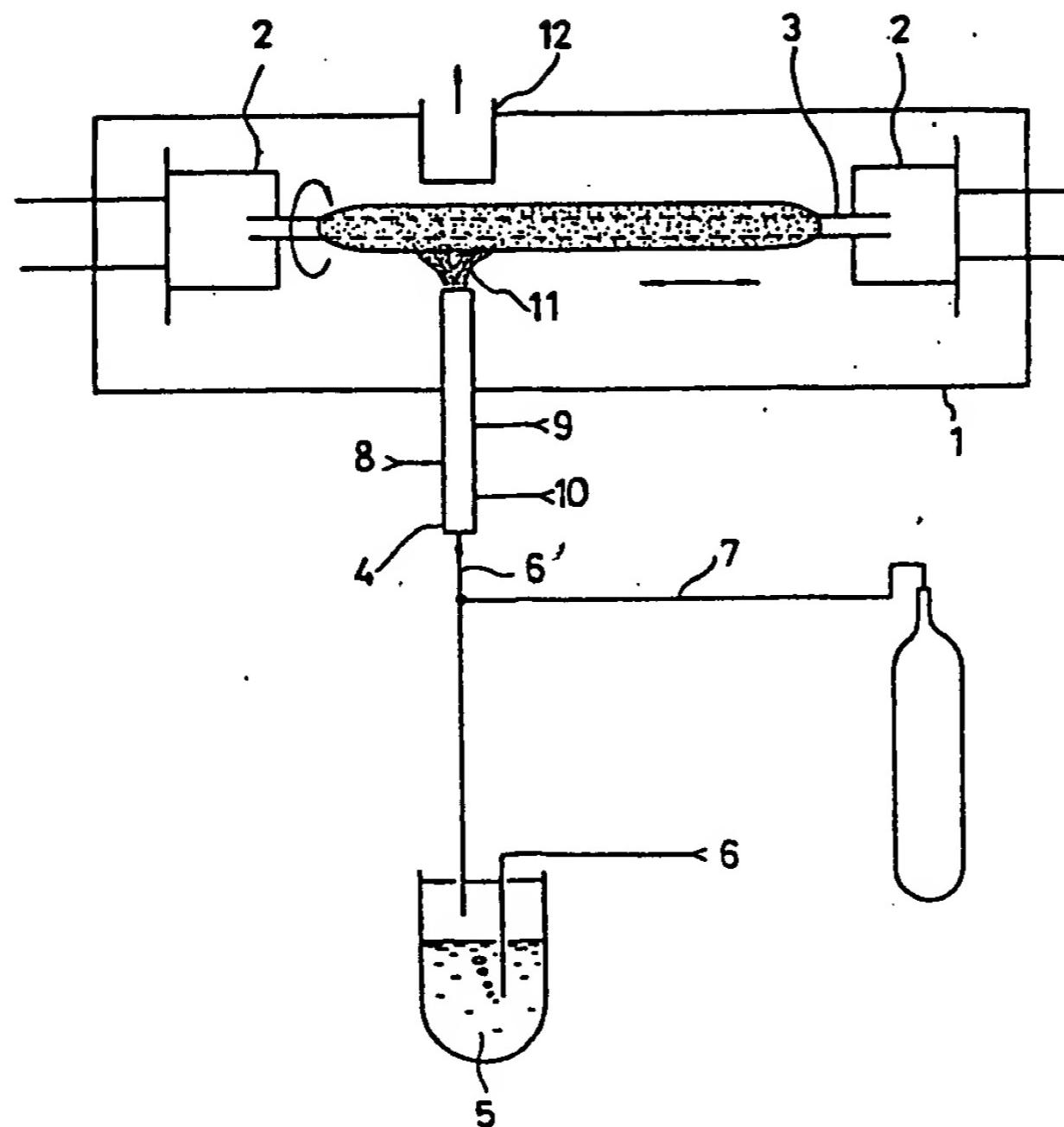
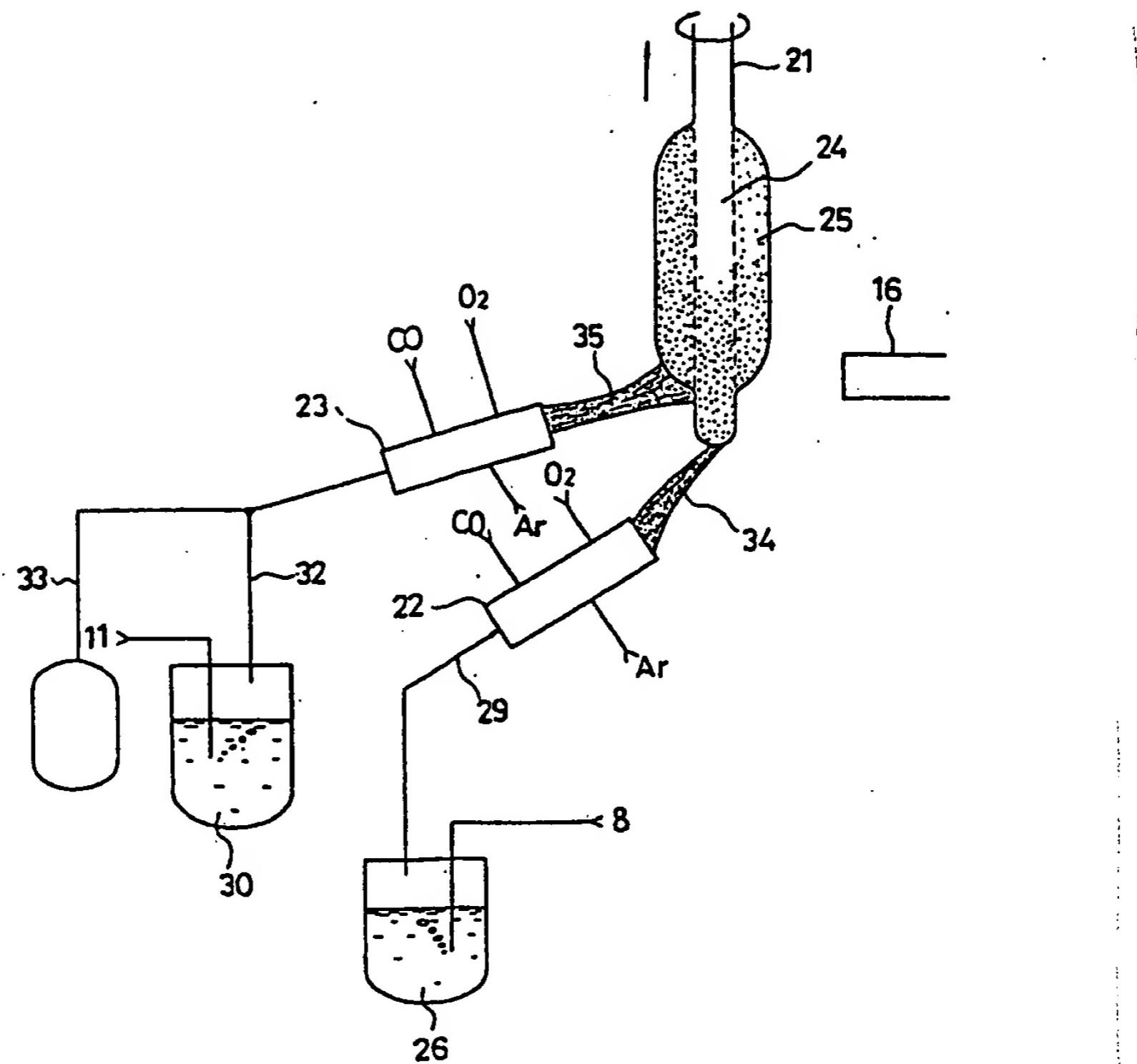


Fig 2



## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-65740

⑥Int.Cl.<sup>1</sup>C 03 B 37/018  
// G 02 B 6/00

識別記号

厅内整理番号

⑩公開 昭和60年(1985)4月15日

6602-4G  
7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

④発明の名称 光ファイバ多孔質母材の製造方法

⑪特 願 昭58-170999

⑪出 願 昭58(1983)9月16日

⑫發明者 杉本 岳根 東京都品川区二葉2丁目9番15号 古河電気工業株式会社  
中央研究所内⑫發明者 高橋 宏 東京都品川区二葉2丁目9番15号 古河電気工業株式会社  
中央研究所内

⑫發明者 稲垣 伸夫 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

⑪出願人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

⑪出願人 日本電信電話公社

⑪代理人 弁理士 井藤 誠

## 明細書

## 1. 発明の名称 光ファイバ多孔質母材の製造方法

上記の外コア層に  $\text{SiCl}_4$  と  $\text{GeCl}_4$  を用い、クラッド層に  $\text{SiCl}_4$  のみを用いる場合もあるが、何れにしろコア層には必ず  $\text{GeCl}_4$  が加えられていた。

## 2. 特許請求の範囲

しかしコア層にゲルマニウム化合物を加えることは、光ファイバを高価にする。

のみならずレーリー散乱も大になるという欠点があつた。

## 3. 発明の詳細な説明

そこでコア層を  $\text{SiCl}_4$  のみで形成し、屈折率差はクラッド層に  $\text{B}_2\text{O}_3$  を添加することによって決定するという試みがなされたが、かかる試みでは屈折率差を充分に大きくすることはできなかつた。

この種の母材を製造する方法としては外付け CVD 法或いは VAD 法が代表的であり、何れの場合においてもコア層の原料には  $\text{SiCl}_4$  、  $\text{GeCl}_4$  、  $\text{POCl}_3$  を用い、またクラッド層の原料には  $\text{SiCl}_4$  、  $\text{BCl}_3$  を用いるのが一般的であり、コア層とクラッド層との屈折率の差は  $\text{GeCl}_4$  の量によつて制御されている。

屈折率差を大にするためには、クラッド層にフッ素を添加すればよいのであるが、上記従来例においては酸水素火炎による加水分解反応が利用されているので、フッ素を添加することはできなかつた。

本発明は、一酸化炭素と酸素との火炎を利用することによつてフッ素を添加することにより

上記問題点を解決しようというもので、これを図面に示す実施例を参照しながら説明すると、第1図は外付けCVD法を示すもので、ガラス旋盤1のチャック2、2に棒状のコア部3を取り付け、このコア部3に向けて多直管バーナ4を設置する。

同バーナ4には、SiCl<sub>4</sub>等の液体原料6をAr等の気体6で気化させた気相原料6'、SF<sub>6</sub>等のフッ素ガスアと、Ar等の希釈用ガス8、酸素9及び一酸化炭素10を供給し、酸素9と一酸化炭素10との火炎と共にフッ素を含んだガラス微粒子11をコア部3の外周に吹き付ける。

この吹き付けに際しては、コア部3を回転させると共に多直管バーナ4をコア部3の長手方向沿いに往復動させる。

尚同図中12は排気口である。

ここで上記外付けCVD法につきより具体的な例について述べると、コア部3としてSiCl<sub>4</sub>を100%含有する合成石英を用い、多直管バ

ーナ4の中央の管に500cc/minの気相原料6と200cc/minのフッ化ガスアとを供給すると共にその外側の2番目の管に500cc/minのCOをまたその外側の3番目の管に1000cc/minのArを、さらに最外側の管に6000cc/minのO<sub>2</sub>を供給し、COとO<sub>2</sub>との火炎と共にガラス微粒子11をコア部3の外周に吹き付けたところ次のような多孔質母材が得られた。嵩密度は0.25g/cm<sup>3</sup>で従来品と同程度であつた。

かかる母材をHe雰囲気中で透明ガラス化し、コア部3とクラッド部13との屈折率差を測定したところ0.9%の値が得られた。

さらに同母材を蘸引してファイバ化し、損失を測定したところ波長0.83μmの下で3.5dB/kmであり、従来の方法で得られたファイバと同程度の品質であつた。

第2図はVAD法による多孔質母材の製造方法を示すもので、ダミー石英棒21に向けて1対の多直管バーナ22、23を設置する。

一方のバーナ22はコア部24用、他方のバーナ23はクラッド部25用であつて、クラッド部用のバーナ23はコア部用のバーナ22の上位に配置されている。

コア部用のバーナ22には、液体ガラス原料26をAr等の気体6で気化させた気相原料29と、酸素(O<sub>2</sub>)と、一酸化炭素(CO)と、希釈用のArとが供給され、またクラッド部用のバーナ23には、液体ガラス原料30をAr等の気体11でバーリングにより気化させた気相原料32と、フッ素ガス33と、酸素(O<sub>2</sub>)と、一酸化炭素(CO)と、希釈用のArとが供給されるようになっている。

そしてコア部用バーナ22からは、COとO<sub>2</sub>との火炎と共にガラス微粒子34が吹き出し、ダミー石英棒21の軸方向にコア部24が堆積される。

またクラッド部用バーナ23からはCOとO<sub>2</sub>との火炎と共にフッ素を含有したガラス微粒子35が吹き出し、コア部24の外周にクラ

ッド部25が堆積形成される。

尚同図中16は排気口である。

ここで上記VAD法につきより具体的な例について述べると、コア部用バーナ22の中央の管には、400cc/minの気相原料29SiCl<sub>4</sub>と5cc/minのPOCl<sub>3</sub>とを供給すると共にその外側の2番目の管には6000cc/minのCOを、またその外側の3番目の管には500cc/minのArを、そして最外側の管には7000cc/minのO<sub>2</sub>を供給した。

またクラッド部用バーナ23の中央の管には、Arでバーリングして気化させたSiCl<sub>4</sub>を500cc/minと200cc/minのSF<sub>6</sub>ガスとを供給すると共にその外側の2番目の管には7000cc/minのCOを、またその外側の3番目の管には500cc/minのArを、そして最外側の管には8000cc/minのO<sub>2</sub>を供給した。

こうして得られた多孔質母材の嵩密度は約0.3g/cm<sup>3</sup>で従来品と同程度であつた。

かかる母材をHe雰囲気中で透明ガラス化し、

屈折率差を測定したところ1%強の値が得られた。

また同母材を線引して損失を測定したところ波長 $0.83 \mu m$  の下で $3 \text{ dB/Km}$  であり、従来の方法で得られた母材と同程度の品質であつた。

以上のように本発明においては、コア部の長手方向沿い外周に、フッ素を含有したガラス微粒子を、C.OとO<sub>2</sub>との火炎と共に吹き付けるので、クラッド部に添加されるフッ素の量でコア部とクラッド部との屈折率差を制御することができるになり、したがつてコア部にゲルマニウムを添加する必要がなく、このため安価な母材を得ることが可能になる。

またゲルマニウムが不要になるため、レーリ散乱を低く抑えることができ、したがつて限界損失を小さくすることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図及び第2図は本発明に係る方法の説明図であつて、第1図は外付けCVD法を利用した方法の説明図、第2図はVAD法を利用した

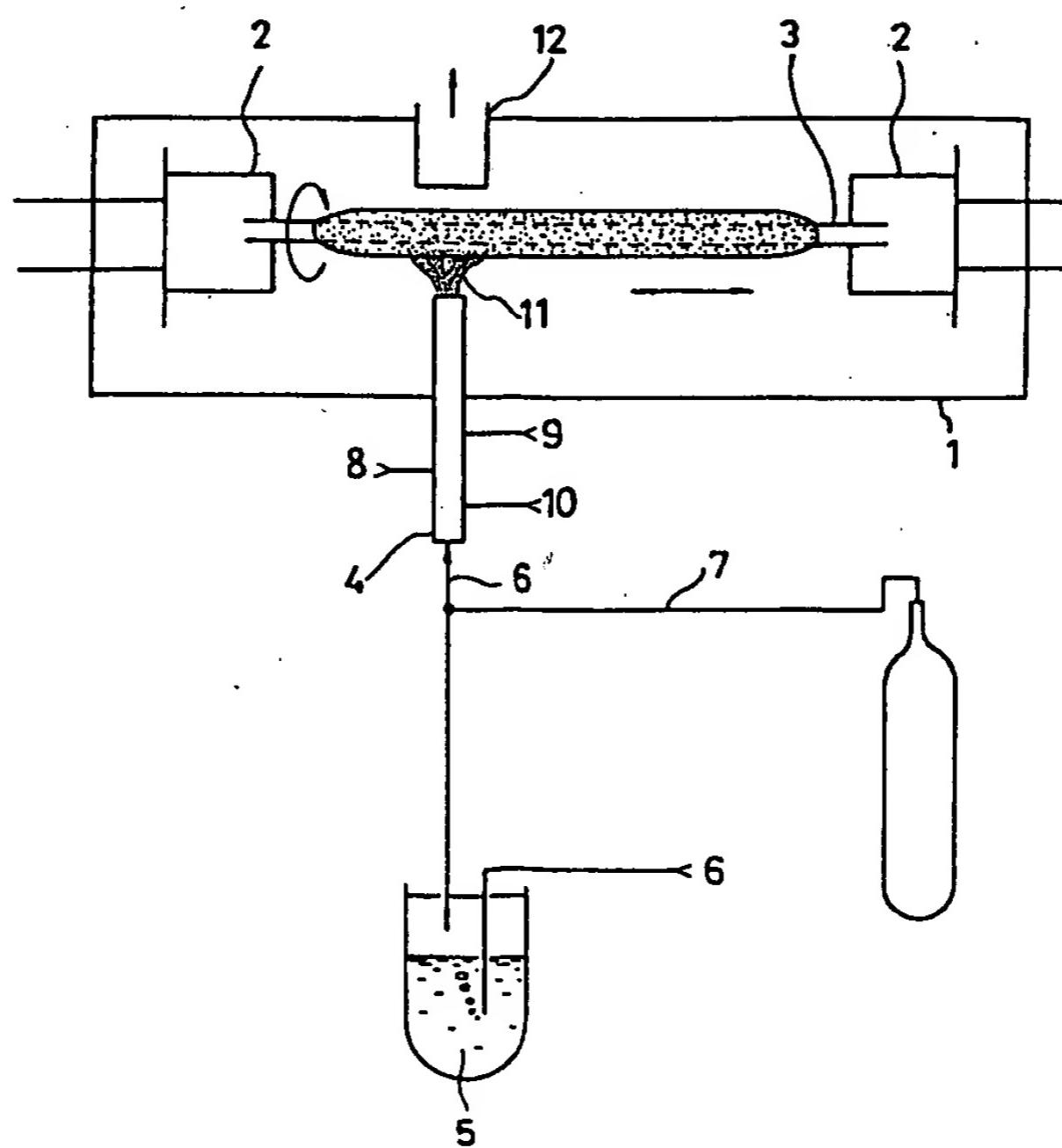
方法の説明図である。

3、24……コア部

11、34、35……ガラス微粒子

特許出願人  
代理人弁理士 井藤 誠

第1図



第2図

